

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-003051

(43)Date of publication of application : 09.01.2001

(51)Int.Cl. C09K 19/42
C09K 19/20
C09K 19/30
C09K 19/34
G02F 1/13

(21)Application number : 11-163709 (71)Applicant : CHISSO CORP

(22)Date of filing : 10.06.1999 (72)Inventor : TAKESHITA FUSAYUKI
NAKAGAWA ETSUO
KUBO YASUHIRO

(30)Priority

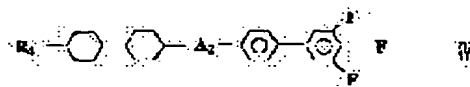
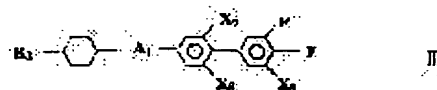
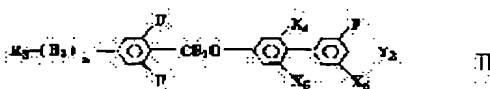
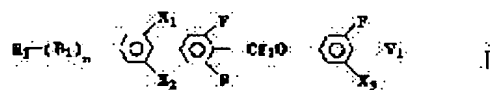
Priority number :	11110817	Priority date :	19.04.1999	Priority country :	JP
-------------------	----------	-----------------	------------	--------------------	----

(54) LIQUID CRYSTAL COMPOSITION AND LIQUID CRYSTAL DISPLAY ELEMENT

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a liquid crystal composition having a high voltage retentivity in a high-temperature region, a low threshold voltage, and improved anisotropy of refractive index by mixing a -CF₂O-bond-containing compound with a compound different in the number and positions of F substituents.

SOLUTION: This composition comprises 5-95 wt.% at least one -CF₂O- bond- containing compound selected from compounds of formulae I and II, 5-95 wt.% compound different in the number and positions of F substituents, selected from compounds of formulae III and IV, and, optionally, at most 25 wt.% compound of formula V. In the formulae, R₁ to R₄ are each a 1-10C alkyl, an alkoxyl, a 2-10C



alkenyl or an alkoxymethyl; A1 and A2 are each a single bond or $-C_2H_4$; X1 to X9 are each H or F; B1 and B2 are each cyclohexylene, trans-1,3-dioxane-2,5-diyl, or 1,4-phenylene at least one H atom of which may be replaced by F; Y1 and Y2 are each F, CF₃, OCF₃, CF₂H, or Cl; n is 0 or 1; and R5 and R6 are each a 1-10C alkyl.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's
decision of rejection]

[Kind of final disposal of application
other than the examiner's decision of
rejection or application converted
registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of requesting appeal against
examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-3051

(P 2 0 0 1 - 3 0 5 1 A)

(43) 公開日 平成13年1月9日 (2001. 1. 9)

(51) Int. Cl. ⁷	識別記号	F I	テーマコード [*] (参考)
C09K 19/42		C09K 19/42	4H027
19/20		19/20	
19/30		19/30	
19/34		19/34	
G02F 1/13	500	G02F 1/13	500
審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全28頁)			

(21) 出願番号 特願平11-163709

(22) 出願日 平成11年6月10日 (1999. 6. 10)

(31) 優先権主張番号 特願平11-110817

(32) 優先日 平成11年4月19日 (1999. 4. 19)

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000002071

チッソ株式会社

大阪府大阪市北区中之島3丁目6番32号

(72) 発明者 竹下 房幸

千葉県袖ヶ浦市福王台2丁目13番地21

(72) 発明者 中川 悦男

千葉県市原市五井5358-1番

(72) 発明者 久保 恭宏

千葉県市原市辰巳台東2丁目17番地、

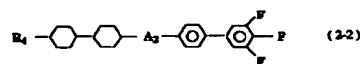
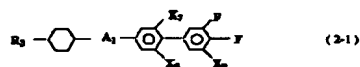
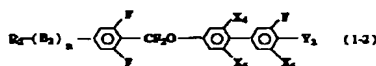
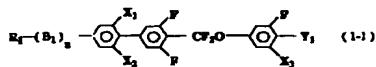
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 液晶組成物および液晶表示素子

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 高温領域において電圧保持率を高くし、しきい値電圧を十分に低くし、かつ屈折率異方性を大きくしたアクティブマトリクス用液晶組成物を提供する。

【解決手段】 一般式(1-1)および(1-2)で表される化合物群から選択された少なくとも1つの化合物からなる成分A、ならびに一般式(2-1)および(2-2)で表される化合物群から選択された少なくとも1つの化合物からなる成分Bを含有する液晶組成物



{式中、R₁～R₄はアルキル基、アルコキシ基、アルケ

ニル基またはアルコキシメチル基であり；A₁およびA₂は単結合または-C₂H₄-であり；X₁～X₆はHまたはFであり；B₁およびB₂はシクロヘキシレン、または1, 4-フェニレン等であり；Y₁およびY₂はF、CF₃、OCF₃、CF₂HまたはClであり；nは0または1である。}。

1

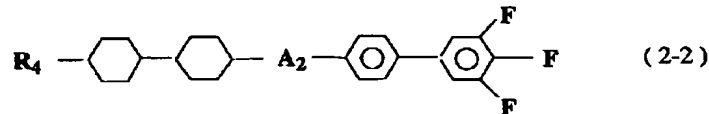
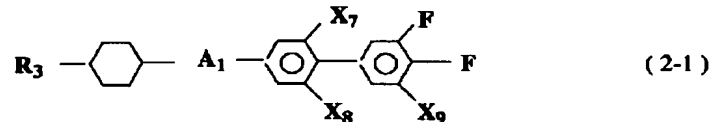
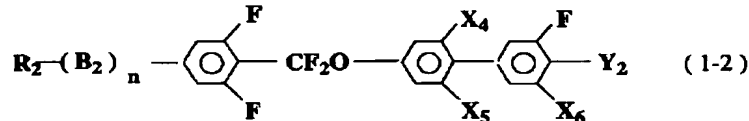
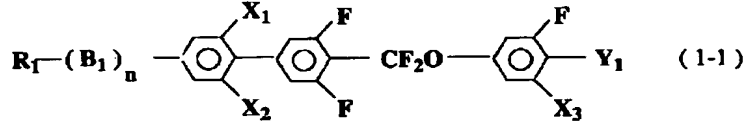
2

【特許請求の範囲】

【請求項1】 一般式(1-1)および(1-2)で表される化合物群から選択された少なくとも1つの化合物からなる成分A、ならびに一般式(2-1)および(2

2)で表される化合物群から選択された少なくとも1つの化合物からなる成分Bを含有する液晶組成物

【化1】



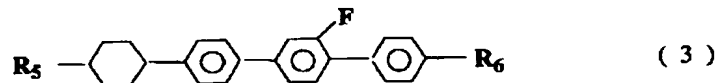
{式中、 R_1 、 R_2 、 R_3 、および R_4 は各々独立して1～10個の炭素原子を有するアルキル基、アルコキシ基、2～10個の炭素原子を有するアルケニル基またはアルコキシメチル基であり； A_1 および A_2 は各々独立して単結合または $-C_2H_4-$ であり； X_1 、 X_2 、 X_3 、 X_4 、 X_5 、 X_6 、 X_7 、 X_8 および X_9 は各々独立してHまたはFであり； B_1 および B_2 は各々独立してシクロヘキセン、トランス-1, 3-ジオキサン-2, 5-ジイル、または基中のHがFで置換されてもよい1, 4-フェニレンであり； Y_1 および Y_2 は各々独立してF、 CF_3 、 OCF_3 、 CF_2H またはClであり；nは0または1である。}

【請求項2】 前記成分Aを液晶組成物の全重量に対して5～95重量%、前記成分Bを液晶組成物の全重量に

対して5～95重量%含有する請求項1に記載の液晶組成物。

【請求項3】 前記一般式(1-1)および(1-2)で表される化合物群から選択された少なくとも1つの化合物からなる成分Aを液晶組成物の全重量に対して5～95重量%、前記一般式(2-1)および(2-2)で表される化合物群から選択された少なくとも1つの化合物からなる成分Bを液晶組成物の全重量に対して5～95重量%、ならびに下記一般式(3)で表される化合物群から選択される少なくとも1つの化合物からなる成分Cを液晶組成物の全重量に対して25重量%以下含有する液晶組成物

【化2】



{式中、 R_5 および R_6 はそれぞれ独立に1～10個の炭素原子を有するアルキル基を表す。}

【請求項4】 請求項1～3のいずれか1項に記載した液晶組成物を含むことからなる液晶表示素子。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、ネマチック液晶組成物に関する。さらに詳しくは、アクティブ・マトリクス(AM)方式用の液晶組成物およびこの液晶組成物を用いた液晶表示素子(LCD)に関するものである。

【0002】

【従来の技術】アクティブ・マトリクス方式の液晶表示素子(AM-LCD)は、高精細な表示が可能なために、液晶表示素子の本命として注目を集め、モニター、ノート型パソコン、デジタルスチルカメラ、デジタルビデオカメラなどの表示画面に応用されている。AM-LCD用の液晶組成物に要求される特性は、下記の(1)～(5)が挙げられる。

【0003】(1) 液晶表示素子を使用できる温度範囲を広げるために、液晶組成物は、極力広い温度範囲で

ネマチック相を示すこと（ネマチック相の上限温度を極力高くし、かつ、ネマチック相の下限温度を極力低くすること）。

(2) 液晶表示素子の応答速度を速くするために、液晶組成物の粘度を極力小さくすること。

(3) 液晶表示素子のコントラストを高くするために、液晶組成物の屈折率異方性値 (Δn) は、液晶表示素子のセル厚 (d) に応じて適度な値をとり得ること。

(4) 液晶組成物のコントラストを高くするために、液晶組成物の比抵抗値を高くすること、および液晶組成物を注入したセルの電圧保持率を高くすること。特に高温領域での電圧保持率を高くすること。高温領域での電圧保持率測定は、液晶組成物の耐久性を見極めるための加速試験に相当する。

(5) 液晶表示素子の駆動電源であるバッテリーを小型化するために、液晶組成物のしきい値電圧を低くすること。

【0004】このような背景にしたがって、特開平 8-73857 号には、高い電圧保持率を有し、しきい値電圧が低く、かつ、屈折率異方正が適度に大きい液晶組成物が開示されている。また、特開平 9-31460 号には、AM-LCD 用液晶組成物に求められる種々の特性を満たしながら、特に、しきい値電圧の小さい、かつ低温相溶性に優れ、ネマティック相温度範囲の広い液晶組成物が開示されている。さらに国際公開 WO 96/11897 には、AM 方式およびスーパーツイストネマチック方式 (STN 方式) をはじめ種々のモードにおける低電圧駆動用液晶化合物として、大きな誘電異方性を有すると共に著しく低粘性である新規な液晶化合物および、これを含有する液晶組成物が開示されている。特開平 10-251186 には、誘電異方性が大きく、温度依存性が小さい化合物として、本発明の一般式 (1-1) と類似する化合物が記載されている。ノート型パソコン、デジタルスチルカメラ、デジタルビデオカメラなどの駆動電源は、バッテリーによるものである。これらのバッテリーを 1 回の充電で長時間使用するためには、LCD の消費電力を小さくする必要がある。近年、このバッテリーは小型化され、さらに 1 回の充電で使用時間を長くするようになってきた。このため、液晶組成物には、上記 (1) ~ (4) の特性を維持しながら、しきい値電圧を小さくすることが望まれるようになってきた。液晶組成物のしきい値電圧を小さくするためには、誘電率異方性の大きな液晶化合物を使用する必要がある。誘電率異方性の大きな液晶化合物を使用して、液晶組成物を作製すると、液晶組成物の粘度が大きくなる。従って、しきい値電圧を低くした液晶組成物を使用した液晶表示素子は、応答速度も遅くなってしまふ。E. Jakeman など {Phys. Lett., A, 39 (1972) 69} によって提唱されているように、応答速度はセルギャップの二乗に比例するので、応答速度を速くす

るためには、液晶表示素子を構成するセルのセルギャップを薄くすれば良い。しかしながら、上記 (3) の項目で示したように、TN モードのファースト・ミニマム条件では、高コントラストを得るために、液晶表示素子を構成するセルのセルギャップと液晶組成物の屈折率異方性の積 ($\Delta n \cdot d$) で表される値を約 0.5 程度の一定の値に設定するため、セルギャップを薄くすると、必然的に、液晶組成物の屈折率異方性を大きくしなければならない。

【0005】前述の特開平 8-73857 に開示されている組成物は、本発明の比較例で示すように、しきい値電圧が低く、屈折率異方性が適度に大きいもののネマチック相の上限温度が低すぎることや、高温領域における電圧保持率が低いという欠点があったり、屈折率異方性が適度に大きく、ネマチック相の上限温度が高いもののしきい値電圧が高すぎたり、高温領域での電圧保持率が低いという欠点を有している。特開平 9-31460 に開示してある組成物は、本発明の比較例で示すように、屈折率異方性が小さかったり、しきい値電圧が高かったり、ネマチック相の上限温度が低いという欠点を有している。国際公開 WO 96/11897 に開示してある AM-LCD 用の液晶組成物（化合物の末端にシアノ基を有している化合物を含んでいない組成物、シアノ基を有する化合物は電圧保持率が低いため AM-LCD 用の液晶組成物として使用することはできない）は、本発明の比較例で示すように、しきい値電圧が十分に低くなっていなかったり、屈折率異方性が小さいという欠点を有している。特開平 10-251186 の実施例 32~42, 44, 45 には、分子中に 3 個のフェニレン環と 1 個の $-CF_2O-$ 結合基を有する化合物が示されているが、誘電率異方性 ($\Delta \epsilon$) が小さく、しきい値電圧を低くする効果が少ないという欠点を有している。またその実施例に記載の物性値に関して、保持率が高い F 系化合物からなる組成物の中で、 Δn が 0.130 以上で、かつ、しきい値電圧が 1.7 V 以下を示す組成物は実現できていない。このように、液晶組成物の種々の検討が行われているが、AM-LCD 用の液晶組成物には、上記 (1) ~ (2) の特性を維持しながら、高温領域での電圧保持率を高く維持したまま、低消費電力とするのに必要な低いしきい値電圧とし、かつ応答速度を速くするために、セルの狭ギャップ化が必要となるに伴い屈折率異方性を大きくすることが望まれている。

【0006】

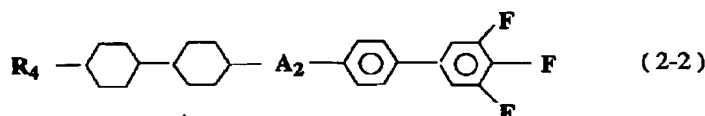
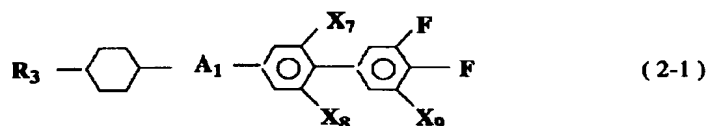
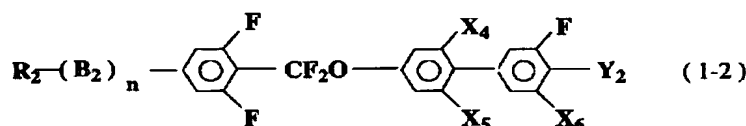
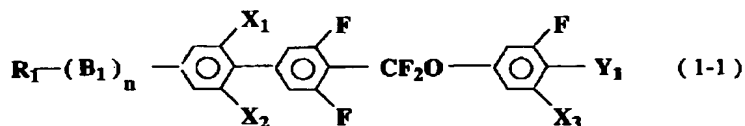
【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、AM-LCD に求められる一般的な特性を満たしながら、特に、高温領域において電圧保持率を高くし、しきい値電圧を十分に低くし、かつ屈折率異方性を大きくした液晶組成物を提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、これらの

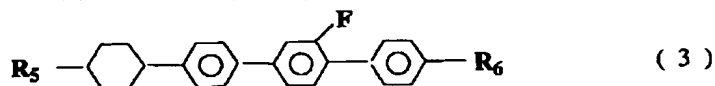
課題を解決すべく鋭意検討した結果、従来の $-CF_2O-$ 結合基を有する化合物とF置換数や置換位置の異なる特定の液晶化合物を組み合わせることにより本発明の目的を達成できる液晶組成物が得られることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0008】本発明の液晶組成物は、つぎの1～3項で示される。



{式中、 R_1 、 R_2 、 R_3 、および R_4 は各々独立して1～10個の炭素原子を有するアルキル基、アルコキシ基、2～10個の炭素原子を有するアルケニル基またはアルコキシメチル基であり； A_1 および A_2 は各々独立して単結合または $-C_2H_4-$ であり； X_1 、 X_2 、 X_3 、 X_4 、 X_5 、 X_6 、 X_7 、 X_8 および X_9 は各々独立してHまたはFであり； B_1 および B_2 は各々独立してシクロヘキシレン、トランス-1, 3-ジオキサソ-2, 5-ジイル、または基中のHがFで置換されてもよい1, 4-フェニレンであり； Y_1 および Y_2 は各々独立してF、 CF_3 、 OCF_3 、 CF_2H またはClであり；nは0または1である。}

【0009】2. 成分Aを液晶組成物の全重量に対して5～95重量%、成分Bを液晶組成物の全重量に対し



{式中、 R_5 および R_6 はそれぞれ独立に1～10個の炭素原子を有するアルキル基を表す。}

【0010】本発明の液晶素子は、つぎの4項で示される。

4. 前記1～3項のいずれか1項に記載した液晶組成物を含むこととなる液晶表示素子。

【0011】

1. 一般式(1-1)および(1-2)で表される化合物群から選択された少なくとも1つの化合物からなる成分A、ならびに一般式(2-1)および(2-2)で表される化合物群から選択された少なくとも1つの化合物からなる成分Bを含有する液晶組成物

【化3】

て5～95重量%含有する前記1項に記載の液晶組成物。

3. 前記一般式(1-1)および(1-2)で表される化合物群から選択された少なくとも1つの化合物からなる成分Aを液晶組成物の全重量に対して5～95重量%、前記一般式(2-1)および(2-2)で表される化合物群から選択された少なくとも1つの化合物からなる成分Bを液晶組成物の全重量に対して5～95重量%、ならびに下記一般式(3)で表される化合物群から選択される少なくとも1つの化合物からなる成分Cを液晶組成物の全重量に対して25重量%以下含有する液晶組成物

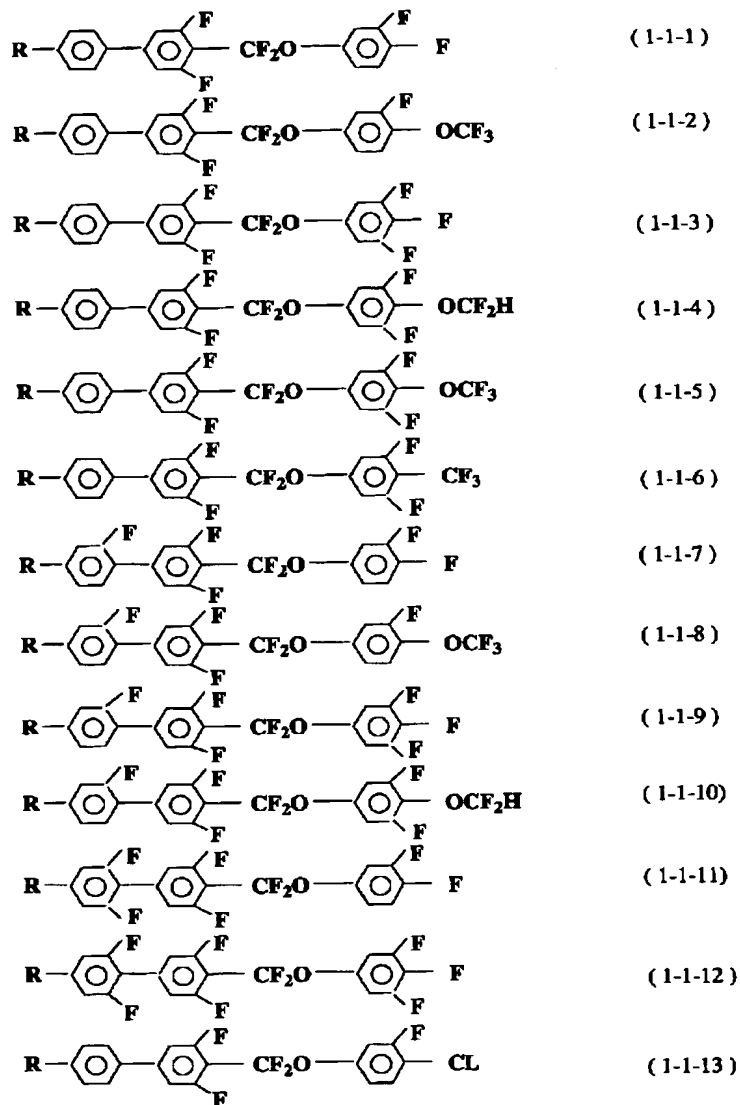
【化4】

【発明の実施の形態】本発明の液晶組成物を構成する化合物の好ましい形態について説明する。本発明の液晶組成物の成分Aにおける一般式(1-1)で表される化合物として、以下の一般式(1-1-1)～(1-1-3)で表される化合物が好ましく用いられる。これらの式中、Rは各々独立して、1～10個の炭素原子を有するアルキル基もしくはアルコキシ基、または2～10個

の炭素原子を有するアルコキシメチル基もしくはアルケ
ニル基を示す。

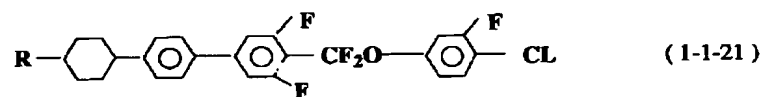
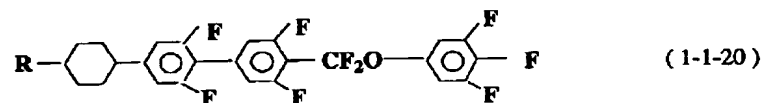
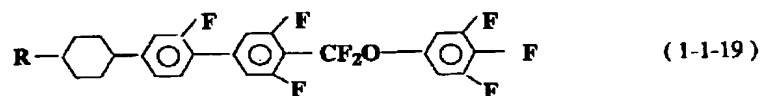
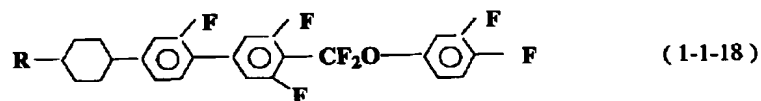
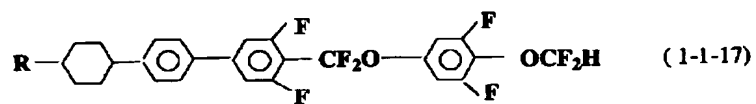
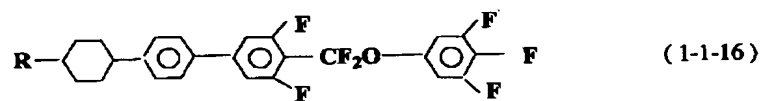
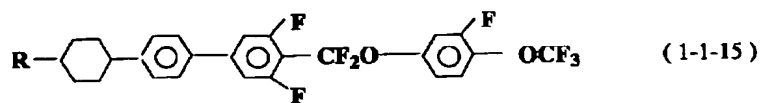
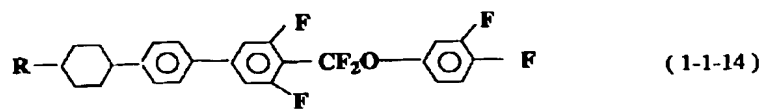
【0012】

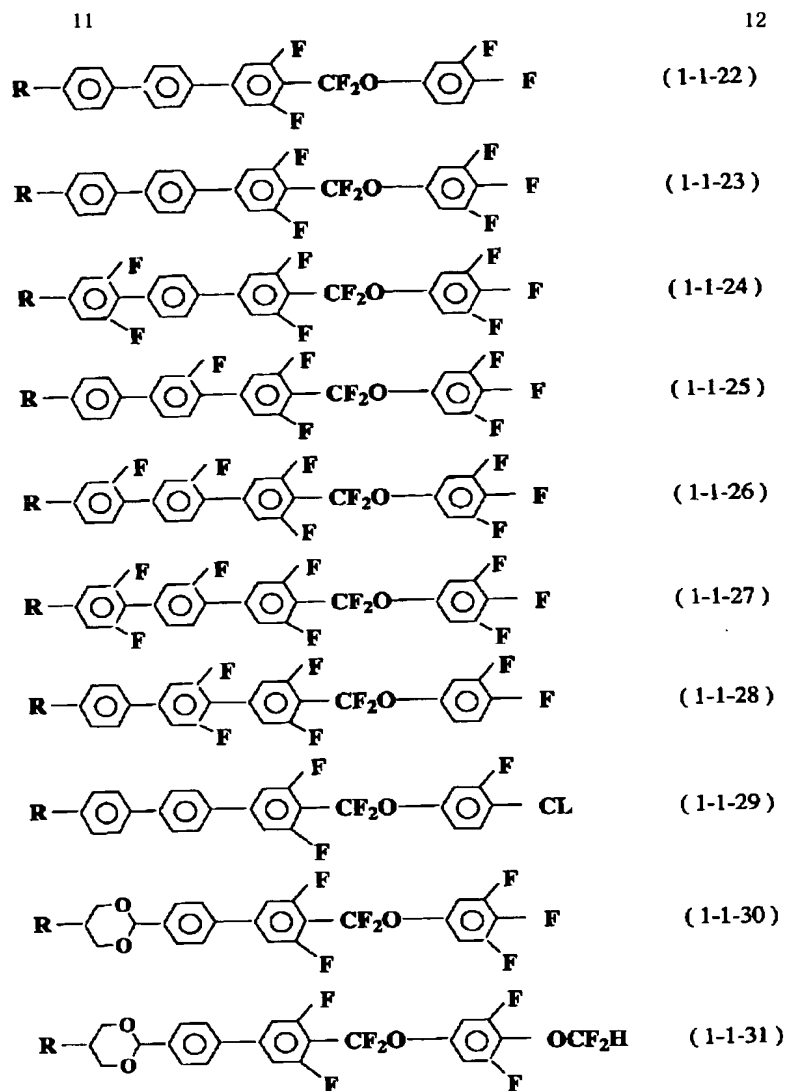
【化5】



【0013】

【化6】



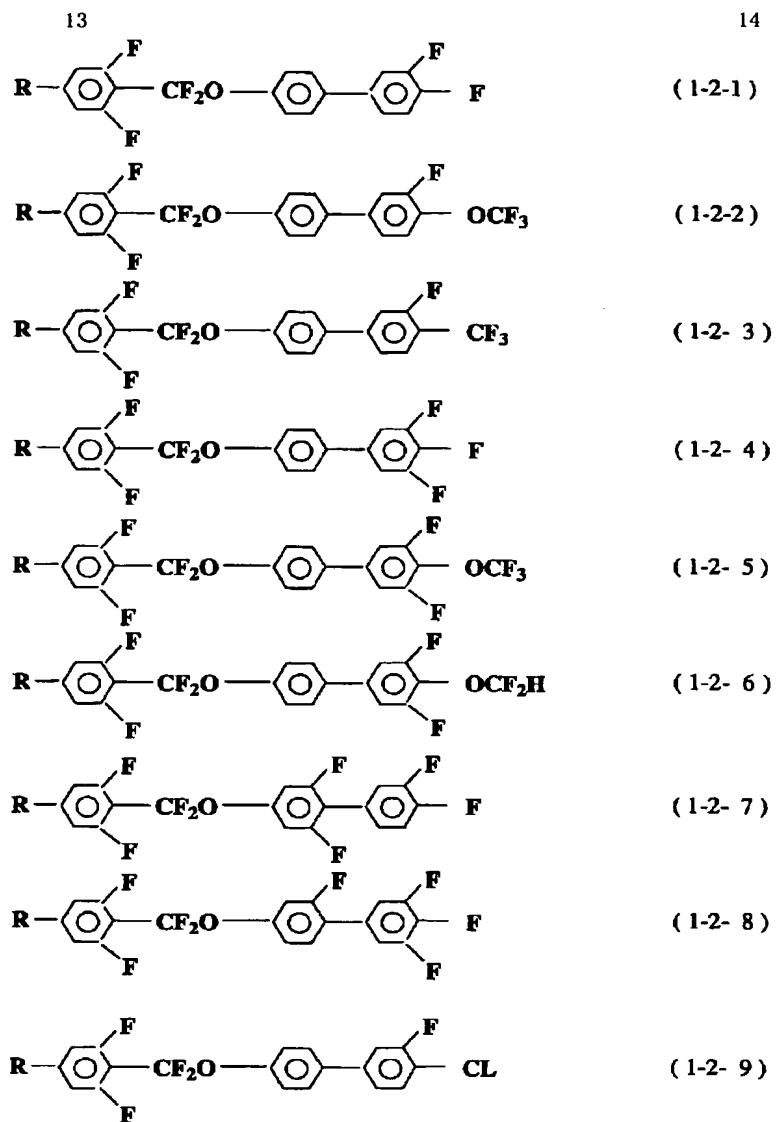


【0015】本発明の液晶組成物の成分Aにおける一般式(1-2)で表される化合物として、以下の一般式(1-2-1)～(1-2-21)で表される化合物が好ましく用いられる。これらの式中、Rは各々独立して、1～10個の炭素原子を有するアルキル基もしくは

アルコキシ基、または2～10個の炭素原子を有するアルコキシメチル基もしくはアルケニル基を示す。

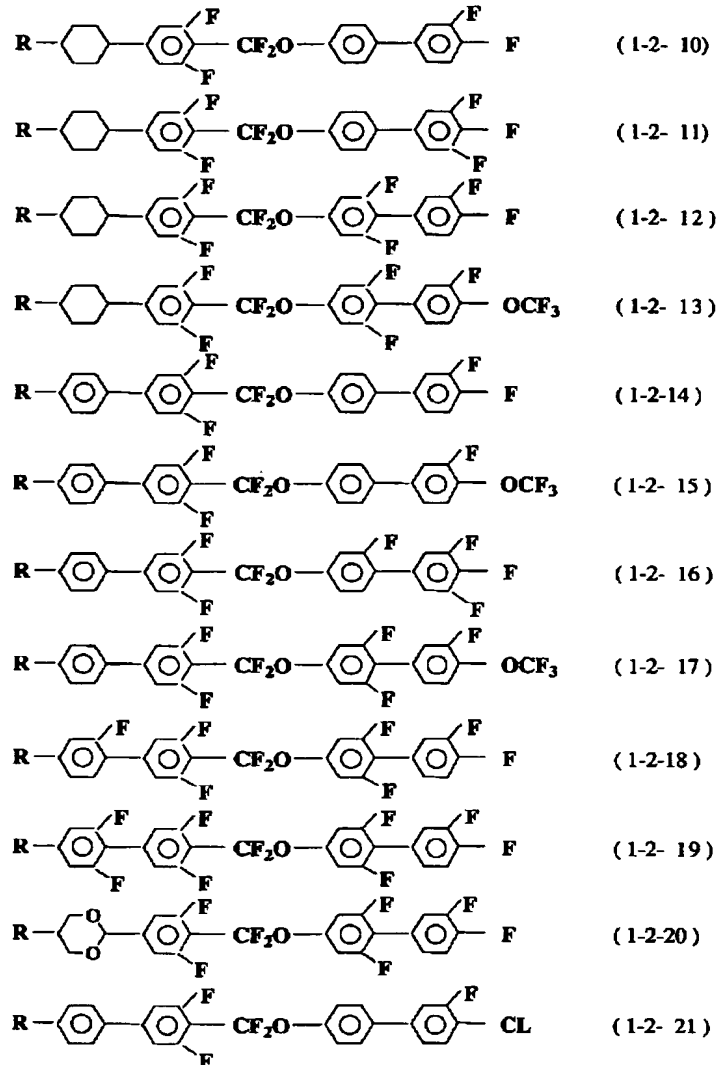
【0016】

【化8】



15

16



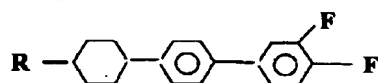
【0018】本発明の液晶組成物の成分Bにおける一般式(2-1)で表される化合物として、以下の一般式(2-1-1)～(2-1-7)で表される化合物が好ましく用いられる。これらの式中のRは、前記と同じで

ある。

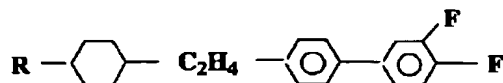
【0019】

【化10】

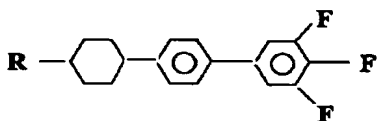
17



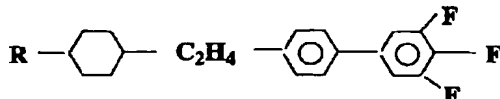
(2-1-1)



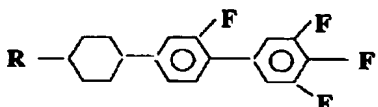
(2-1-2)



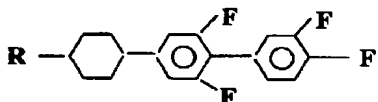
(2-1-3)



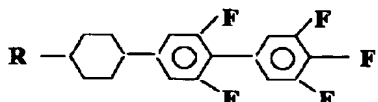
(2-1-4)



(2-1-5)



(2-1-6)

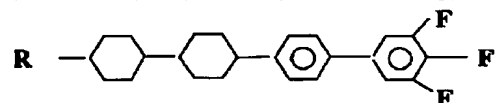


(2-1-7)

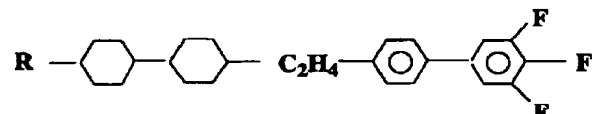
【0020】本発明の液晶組成物の成分Bにおける一般式(2-2)で表される化合物として、以下の一般式(2-2-1)または(2-2-2)で表される化合物

が好ましく用いられる。これらの式中のRは、前記と同じである。

【化11】



(2-2-1)



(2-2-2)

【0021】本発明の液晶組成物を構成する化合物の機能について説明する。本発明の液晶組成物の成分Aは、液晶組成物の高温領域における電圧保持率を高く維持しながら、粘度を比較的小さく保ち、屈折率異方性を大きくし、しきい値電圧をかなり低くする効果を有する。これは成分Aの化合物が、 $-\text{CF}_2\text{O}-$ 結合基の炭素原子側フェニル環の3位と5位がフッ素原子によって置換されているためと考えられる。また、成分Aの中で4環化合物は、ほとんどのものが、 $80^\circ \sim 180^\circ$ の非常に高い T_{NI} (液晶の上限温度)を有するので、この4環化合物を用いることにより、 T_{NI} の高い液晶組成物とすることができる。

【0022】本発明の一般式(2-1)で表される化合物は、液晶組成物の高温領域における電圧保持率を高く維持しながら、粘度を小さくし、 Δn を比較的大きく保ちながら、しきい値電圧を調整する効果がある。本発明

の液晶組成物の一般式(2-1)で表される化合物は、3環化合物であり、誘電率異方性値は前記成分Aの化合物ほどの大きさを示さないが、9~18程度の正の値を示す。また、前記成分Aの化合物よりも粘度が小さく、比較的低抵抗値も高く、屈折率異方性がほぼ同等か、少し小さいという特徴を有している。

【0023】本発明の液晶組成物の一般式(2-2)で表される化合物は、液晶組成物の高温領域における電圧保持率を高く維持しながら、液晶組成物の上限温度を高くし、粘度を小さくし、屈折率異方性を大きく保ちながら、しきい値電圧を調整する効果がある。この一般式(2-2)で表される化合物は4環化合物であり、誘電率異方性値は成分Aの化合物ほどの値を示さないが、10~14程度の正の値を示す。また、この化合物の T_{NI} は 200°C 以上であり成分Aの化合物よりも非常に高く、粘度が小さく、さらに低抵抗値が高く、また、成分

40

50

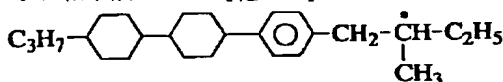
Aの化合物とほぼ同等かそれ以下の屈折率異方性の大きさを示すという特徴を有している。

【0024】本発明の液晶組成物の成分Cである一般式(3)で表される化合物は、液晶組成物の高温領域での電圧保持率を高く維持しながら、ネマチック相の上限温度を高くし、しきい値電圧を調整し、屈折率異方性をかなり大きくする効果がある。この一般式(3)で表される化合物は、誘電率異方性がほぼ0であり、比抵抗値が高く、屈折率異方性は0.2以上で非常に大きく、ネマチック相の上限温度は非常に高く250℃以上であるという特徴を有している。すなわち、本発明の液晶組成物は、成分Aにより比較的大きな Δn を示しながら、特にしきい値電圧を非常に下げ、成分Bによりさらにネマチック相範囲、屈折率異方性、しきい値電圧が調整される特徴を有している。










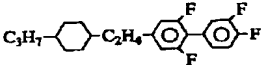
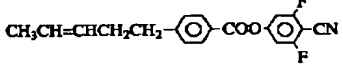
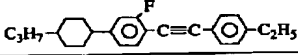
【0025】本発明の液晶組成物を構成する成分の好ましい含有比率について説明する。本発明の液晶組成物の成分Aの含有量は、液晶組成物の全重量に対して5～95重量%であり、成分Bの含有量は、液晶組成物の全重量に対して5～95重量%であることが好ましい。さらに詳しく説明すると、成分Aである一般式(1-1)または(1-2)で表される化合物は、しきい値電圧を下げるために、できるだけ多く組成物中へ混合することが望ましいが、組成物中へ多量に含有させると液晶組成物のネマチック相下限温度を高くしてしまうことがある。このため、成分Aは、液晶組成物に占める割合は液晶組成物の全重量に対して95%以下が好ましく、より好ましくは90重量%以下である。また、液晶組成物の高温領域での電圧保持率を高く維持しながら、しきい値電圧をかなり小さくするためには、成分Aの液晶組成物に占める割合を、液晶組成物の全重量に対して5重量%以上であることが望ましい。さらに成分Aの式(1-1)または(1-2)で表される化合物の中の3環化合物は、 T_{NI} が比較的低く50℃以下のものが多いので、液晶組成物の T_{NI} を実用的な温度にするためには、組成物の全重量に対して80重量%以下であることがより好ましい。

【0026】本発明の液晶組成物は、成分Bを組成物中へ多量に含有させると、液晶組成物のネマチック相下限

CM-43L



【表 1】

1) 左末端基 R-	記号	3) 結合基 -Z1-, -Z2-	記号
$C_nH_{2n+1}-$	n—	$-C_2H_4-$	2
$C_nH_{2n+1}O-$	nO—	$-C_6H_6-$	4
$C_nH_{2n+1}OC_nH_{2n}-$	nOm—	$-COO-$	E
$CH_2=CH-$	V—	$-C\equiv C-$	T
$CH_2=CHC_nH_{2n}-$	Vn—	$-CH=CH-$	v
$C_nH_{2n+1}CH=CHC_mH_{2m}-$	nVm—	$-CF_2O-$	CF2O
$C_nH_{2n+1}CH=CHC_mH_{2m}CH=CHC_lH_{2l}-$	nVmVl—	$-OCF_2-$	OCF2
2) 環構造 -(A1)-, -(A2)-	記号	4) 右末端基 -X	記号
	B	-F	-F
	B(F)	-Cl	-CL
	B(2F,3F)	-CN	-C
	B(F,F)	-CF3	-CF3
	B(F,F)	-OCF3	-OCF3
	H	-OCF2H	-OCF2H
	Py	$-C_nH_{2n+1}$	-n
	D	$-OC_nH_{2n+1}$	-On
	Ch	$-COOCH_3$	-EMe
		$-C_nH_{2n}CH=CH_2$	-nV
		$-C_mH_{2m}CH=CHC_nH_{2n+1}$	-mVn
		$-C_mH_{2m}CH=CHC_nH_{2n}F$	-mVnF
		$-CH=CF_2$	-VFF
		$-C_nH_{2n}CH=CF_2$	-nVFF
		$-C\equiv C-CN$	-TC
5) 表記例			
例1 3-H2B(F,F)B(F)-F 		例3 1V2-BEB(F,F)-C 	
例2 3-HB(F)TB-2 			

【0032】液晶組成物の特性は、ネマチック液晶相の上限温度を T_{N1} 、ネマチック液晶相の下限温度を T_C 、粘度を η 、屈折率異方性を Δn 、しきい値電圧を V_{th} 、25℃における電圧保持率を $VHR(25^\circ C)$ 、100℃における電圧保持率を $VHR(100^\circ C)$ 、応答速度を τ で表した。 T_{N1} は、偏光顕微鏡を用い、昇温過程において、ネマチック相から等方相液体に変化するときの温度を測定することにより求めた。 T_C は、10℃、0℃、-10℃、-20℃、-30℃、-40℃の各々のフリーザー中に、液晶組成物を30日間放置し、液晶相で判断した（例えば、一つの液晶組成物について、-20℃でネマチック状態をとり、-30℃で結晶化またはスメクチック状態となった場合には、その液晶組成物の T_C は、 $<-20^\circ C$ と表現した）。 η は、20℃で測定した。 Δn は、589nmの波長を有する光源ランプを使用し、25℃で測定した。 V_{th} は、25℃で測定した。なお、 V_{th} は、セルギャップが $(0.5/\Delta n)\mu m$ 、ツイスト角が 80° のセルを用い、ノーマリーホワイトモードで、周波数が32Hzの矩形波を印加し、セルを通過する光の透過率が90%になったと

きに印加されている電圧の値とした。電圧保持率は、面積法にて求めた。 τ は、液晶組成物にコレステリックノノエートねじれのピッチが $80\mu m$ になるように添加し、調整したものをセルギャップが $(0.5/\Delta n)\mu m$ 、ツイスト角が 90° のセルに入れ、これを周波数が1KHzの5V矩形波を印加し、液晶が立ち上がるときの応答速度(τ_{on})と液晶が立ち下がるときの応答速度(τ_{off})とし、 τ は τ_{on} と τ_{off} の和の値と定義した。このときの測定温度は25℃である。

【0033】特開平10-251186の実施例(32~42, 44, 45)に示される組成物に使用される化合物は、本発明の一般式(1-1)と類似するが同一の化合物ではない。本発明の一般式(1-1)で示される化合物とこの特開平10-251186の化合物との違いを次に示す。つぎの組成と特性を有する母液晶を調製し、

3-HB-C	24%	$T_{N1}=71.7^\circ C$
5-HB-C	36%	$\Delta\epsilon=11.0$
5-HB-C	25%	$\Delta n=0.137$
3-HBB-C	15%	$\eta=27.0\text{ mP}$

a・s

この母液晶に以下の化合物 a、b、c

a: 3-BB (F, F) CF₂OB (F, F) -F <
本発明の式 (1-1-3) の R=C₃H₇ >b: 3-B (F, F) CF₂OBB (F, F) -F <
本発明の式 (1-2-4) の R=C₃H₇ >c: 3-B (F) CF₂OBB (F, F) -F <特開

平 10-251186 (実施例 34 に記載化合物) >
をそれぞれ 15% 混合したものを調製した。それらの物性値を測定し、その測定値と母液晶の物性値から外そうして得られた化合物 a、b、c の物性値を次の表 2 に示す。

【0034】

【表 2】

化合物	外そう物性値			
	T _{N1} (°C)	Δε	Δn	η (mPa·s)
a	-5.0	29.7	0.110	40.2
b	-9.8	27.6	0.104	46.6
c	-6.3	21.1	0.104	53.1

この表 2 から、本発明の式 (1-1) で表される化合物 a または b は特開平 10-251186 の実施例 34 に記載の化合物 c よりも、Δn、Δε が大きく、η が低いことが明らかである。4 環化合物についても同様の傾向

であった。さらに、以下の実施例、比較例にて詳細に説明する。

【0035】実施例 1

成分 A として、

2-HBB (F, F) CF ₂ OB (F, F) -F	7%
3-HBB (F, F) CF ₂ OB (F, F) -F	7%
3-BBB (F, F) CF ₂ OB (F, F) -F	6%

成分 B として、

2-HBB (F) -F	7.5%
3-HBB (F) -F	7.5%
5-HBB (F) -F	15%
3-HBB (F, F) -F	15%
5-HBB (F, F) -F	15%
3-H ₂ BB (F, F) -F	8%
2-HHBB (F, F) -F	4%
3-HHBB (F, F) -F	4%
4-HHBB (F, F) -F	4%

からなる組成物を調製した。上記組成物の特性は、以下のようになった。

T _{N1}	= 105.0°C
T _C	< -20°C
η	= 49.3 mPa·s
Δn	= 0.151
V _{th}	= 1.40 V

VHR (25°C) = 98.7%

VHR (100°C) = 95.2%

τ = 27 ms

この組成物は、後述の比較例の組成物と比べて Δn が非常に大きく、高温における VHR が高く、V_{th} が小さく、τ も速い。

【0036】実施例 2

成分 A として、

2-BB (F, F) CF ₂ OB (F, F) -F	9%
3-BB (F, F) CF ₂ OB (F, F) -F	11%
3-HBB (F, F) CF ₂ OB (F) -F	10%
2-HBB (F, F) CF ₂ OB (F, F) -F	10%
3-HBB (F, F) CF ₂ OB (F, F) -F	10%
2-BB (F, F) CF ₂ OBB (F) -F	8%
3-BB (F, F) CF ₂ OBB (F) -F	9%
3-BB (F, F) CF ₂ OB (F, F) B (F) -F	3%

成分 B として、

3-HBB (F, F) -F	15%
-----------------	-----

25	5-HBB (F, F) -F	26	15%
からなる組成物を調製した。この組成物の特性は、以下のようになった。		VHR (100℃) = 95.3%	
T _{NI}	= 73.6℃	τ = 29ms	
TC	< -20℃	この組成物は、後述の比較例の組成物と比べてΔnが非常に大きく、高温におけるVHRが高く、Vthが小さく、τも速い。	
Δn	= 0.152	【0037】実施例3	
Vth	= 1.05V		
VHR (25℃)	= 98.7%		
	成分Aとして、		
	2-HBB (F, F) CF2OB (F, F) -F	9%	
	3-HBB (F, F) CF2OB (F, F) -F	9%	
	成分Bとして、		
	2-HBB (F) -F	7.5%	
	3-HBB (F) -F	7.5%	
	5-HBB (F) -F	15%	
	3-HBB (F, F) -F	15%	
	5-HBB (F, F) -F	15%	
	3-H2BB (F, F) -F	8%	
	成分Cとして		
	5-HBB (F) B-2	7%	
	5-HBB (F) B-3	7%	
からなる組成物を調製した。この組成物の特性は、以下のようになった。		VHR (25℃) = 98.7%	
T _{NI}	= 114.1℃	VHR (100℃) = 95.1%	
TC	< -20℃	τ = 28ms	
η	= 47.5mPa・s	この組成物は、後述の比較例の組成物と比べてΔnが非常に大きく、高温におけるVHRが高く、Vthが小さく、τも速い。	
Δn	= 0.158	【0038】実施例4	
Vth	= 1.52V		
	成分Aとして、		
	2-BB (F, F) CF2OB (F, F) -F	12%	
	3-BB (F, F) CF2OB (F, F) -F	12%	
	成分Bとして、		
	2-HBB (F) -F	7.5%	
	3-HBB (F) -F	7.5%	
	5-HBB (F) -F	15%	
	3-HBB (F, F) -F	13%	
	5-HBB (F, F) -F	13%	
	3-H2BB (F, F) -F	4%	
	成分Cとして		
	5-HBB (F) B-2	8%	
	5-HBB (F) B-3	8%	
からなる組成物を調製した。この組成物の特性は、以下のようになった。		VHR (25℃) = 98.7%	
T _{NI}	= 93.1	VHR (100℃) = 95.1%	
TC	< -30℃	τ = 25ms	
η	= 39.6mPa・s	この組成物は、後述の比較例の組成物と比べてΔnが非常に大きく、高温におけるVHRが高く、Vthが小さく、τも速い。	
Δn	= 0.147	【0039】実施例5	
Vth	= 1.45V		
	成分Aとして、		
	3-B (F, F) CF2OBB (F) -F	7%	

27

5-B (F, F) CF₂OBB (F) -OCF₃
 5-B (F, F) CF₂OBB (F) -F
 3-B (F, F) CF₂OB (F, F) B (F) -F
 3-HB (F) B (F, F) CF₂OB (F, F) -F
 2-HBB (F, F) CF₂OB (F) -OCF₃
 3-BB (F, F) CF₂OBB (F) -F
 3-BB (F, F) CF₂OB (F, F) B (F) -F

成分Bとして、

2-HBB (F) -F 3%
 3-HBB (F) -F 3%
 5-HBB (F) -F 6%
 3-HBB (F, F) -F 15%
 5-HBB (F, F) -F 15%
 3-H₂BB (F, F) -F 6%

成分Cとして

5-HBB (F) B-2 7%
 5-HBB (F) B-3 7%

からなる組成物を調製した。この組成物の特性は、以下のようになった。

T_{NI} = 99.4℃
 TC < -20℃
 η = 50.1 mPa·s
 Δn = 0.162
 V_{th} = 1.34 V

20 τ = 29 ms

VHR (25℃) = 98.7%
 VHR (100℃) = 95.0%

この組成物は、後述の比較例の組成物と比べて Δn が非常に大きく、高温における VHR が高く、 V_{th} が小さく、 τ も速い。

【0040】実施例6

成分Aとして、

3-HBB (F, F) CF₂OB (F) -F 5%
 3-HBB (F, F) CF₂OB (F, F) -F 5%
 2-BB (F, F) CF₂OB (F, F) B (F) -F 5%
 3-BBB (F, F) CF₂OB (F, F) -F 5%

成分Bとして、

2-HBB (F) -F 5%
 3-HBB (F) -F 5%
 5-HBB (F) -F 10%
 3-HBB (F, F) -F 13%
 5-HBB (F, F) -F 13%
 7-HBB (F, F) -F 4%
 3-H₂B (F, F) -F 8%
 3-HB (F) B (F, F) -F 5%
 3-HB (F, F) B (F) -F 5%

成分Cとして

5-HBB (F) B-2 6%
 5-HBB (F) B-3 6%

からなる組成物を調製した。この組成物の特性は、以下のようになった。

T_{NI} = 104.1℃
 TC < -20℃
 η = 47.3 mPa·s
 Δn = 0.161
 V_{th} = 1.39 V

VHR (25℃) = 98.7%
 VHR (100℃) = 95.1%
 τ = 26 ms

この組成物は、高温における VHR が高く、 V_{th} が小さく、 Δn が大きく、 τ も速い。

【0041】実施例7

成分Aとして

29

3-B (F, F) CF₂OBB (F) -OCF₃2-BB (F, F) CF₂OB (F, F) -F3-BB (F, F) CF₂OB (F, F) -F3-BB (F, F) CF₂OB (F) -OCF₃3-HB (F, F) CF₂OB (F, F) B (F) -F3-HBB (F, F) CF₂OB (F) -F3-HBB (F, F) CF₂OB (F, F) -F5-HBB (F, F) CF₂OB (F, F) -F3-BB (F, F) CF₂OB (F, F) B (F) -F3-BB (F, F) CF₂OB (F, F) B (F) -OCF₃3-BB (F, F) CF₂OBB (F) -OCF₃

成分Bとして

2-HBB (F) -F

3-HBB (F) -F

その他の成分として

コレステリルノナノエート

からなる組成物を調製した。

【0042】実施例8

成分Aとして

2-HBB (F, F) CF₂OB (F, F) -F3-HBB (F, F) CF₂OB (F, F) -F2-BBB (F, F) CF₂OB (F, F) -F3-BBB (F, F) CF₂OB (F, F) -F

成分Bとして

2-HBB (F) -F

3-HBB (F) -F

5-HBB (F) -F

3-HBB (F, F) -F

5-HBB (F, F) -F

成分Cとして

5-HBB (F) B-2

5-HBB (F) B-3

その他の成分として

3-HB-O2

7-HB-CL

4-HHB-CL

3-HH-4

CM-43L

からなる組成物を調製した。

【0043】実施例9

成分Aとして

3-BB (F, F) CF₂OB (F, F) -F2-HBB (F, F) CF₂OB (F, F) -F3-HBB (F, F) CF₂OB (F, F) -F2-BBB (F, F) CF₂OB (F, F) -F3-BBB (F, F) CF₂OB (F, F) -F

成分Bとして

3-HBB (F) -F

5-HBB (F) -F

3-HBB (F, F) -F

5-HBB (F, F) -F

成分Cとして

(17)

特開 2001-3051

31
 5-HBB (F) B-2
 5-HBB (F) B-3
 その他の成分として
 3-HB-O2
 3-HHB-F
 3-HHB (F) -F
 3-HHB (F, F) -F
 3-HHB-1
 CM-43L

32
 7 %
 7 %
 6 %
 3 %
 4 %
 4 %
 5 %
 0. 19 %

からなる組成物を調製した。

10 で最も Δn が大きい実施例 41 のつぎの組成物を調製した。

【0044】比較例 1

特開平 10-251186 のに開示してある組成物の中

3-HB (F, F) CF2OB (F, F) -F	5 %
5-HBBCF2OB (F, F) -F	5 %
2-HHB (F) -F	2 %
3-HHB (F) -F	2 %
5-HHB (F) -F	2 %
2-HBB (F) -F	6 %
3-HBB (F) -F	6 %
2-H2BB (F) -F	9 %
3-H2BB (F) -F	9 %
3-HBB (F, F) -F	25 %
5-HBB (F, F) -F	19 %
1O1-HBBH-4	5 %
1O1-HBBH-5	5 %

上記組成物の特性は、以下のようになった。

T_{N1} = 95. 1℃
 η = 35. 5 mPa · s
 Δn = 0. 132
 V_{th} = 1. 72 V
 $VHR (25^\circ C)$ = 98. 2 %
 $VHR (100^\circ C)$ = 95. 1 %

2-HBEB (F, F) -F	5 %
5-HBEB (F, F) -F	5 %
3-BBEB (F, F) -F	5 %
4-HHB-CL	10 %
3-HBB (F, F) -F	10 %
5-HBB (F, F) -F	10 %
3-H2BB (F, F) -F	10 %
4-H2BB (F, F) -F	10 %
5-H2BB (F, F) -F	10 %
3-HVHB (F) -F	5 %
4-HVHB (F, F) -F	7 %
3-H2BV2	3 %
3-HB (F) VB-4	10 %

上記組成物の特性は、以下のようになった。

T_{N1} = 101. 5℃
 η = 36. 9 mPa · s
 Δn = 0. 138
 V_{th} = 1. 73 V

τ = 34 ms

この組成物は、高温での VHR は高く、 Δn は比較的大きいものの、しきい値電圧が高いという欠点を有している。

30 【0045】比較例 2

特開平 8-73857 に開示してある組成物の中で最も Δn が大きい実施例 7 の下記の組成物を調製した。

$VHR (25^\circ C)$ = 98. 5 %
 $VHR (100^\circ C)$ = 91. 0 %
 τ = 37 ms

この組成物は、 T_{N1} が高く、応答速度が比較的速いものの、 V_{th} が高く、 Δn が小さい。この組成物には、エ

50

ステル基を有する化合物が使用されており、高温での VHR が低いという欠点を有している。

【0046】比較例 3

5-HHEB (F, F) -F	5%
2-HBEB (F, F) -F	5%
3-HBEB (F, F) -F	5%
5-HBEB (F, F) -F	5%
3-BBEB (F, F) -F	5%
4-BBEB (F, F) -F	5%
5-BBEB (F, F) -F	5%
4-HEB (F, F) -F	10%
4-HB-CL	10%
7-HB (F) -F	3%
7-HB (F, F) -F	9%
3-HBB (F, F) -F	10%
5-HHB (F, F) -F	10%
3-H2BB (F, F) -F	13%

この組成物の特性は、以下のようになった。

T_{N1}	=	46.1°C
TC	<	-10°C
η	=	36.3 mPa·s
Δn	=	0.096
Vth	=	0.91V
VHR (25°C)	=	98.3%
VHR (100°C)	=	92.3%

7-HB (F, F) -F	9%
3-HHB (F, F) -F	10%
3-HH2B (F, F) -F	7%
5-HH2B (F, F) -F	5%
3-HBB (F, F) -F	18%
5-HBB (F, F) -F	18%
3-HBEB (F, F) -F	5%
5-HBEB (F, F) -F	3%
3-HHEB (F, F) -F	8%
5-HHEB (F, F) -F	5%
2-HHBB (F, F) -F	4%
3-HHBB (F, F) -F	4%
5-HH2BB (F, F) -F	4%

この組成物の特性は、以下のようになった。

T_{N1}	=	78.3°C
TC	<	-30°C
η	=	30.2 mPa·s
Δn	=	0.103
Vth	=	1.21V
VHR (25°C)	=	98.4%
VHR (100°C)	=	91.5%

3-HBCF2OB (F, F) -F	5%
5-HBCF2OB (F, F) -F	10%
5-HBCF2OB-CF3	5%
5-HBCF2OB (F) -F	5%

特開 8-73857 に開示してある組成物の中で最も Vth が最も低い実施例 2 の下記の組成物を調製した。

この組成物は、 Δn が非常に小さく、Vth が低いものの T_{N1} が低い。比較例 1 と同様にエステル基を有する化合物が使用されており、高温での VHR が低いという欠点を有している。

【0047】比較例 4

特開 9-31460 に開示してある組成物の中で最も Δn が大きい実施例 12 の下記の組成物を調製した。

τ = 41ms

40 この組成物は、 Δn が比較的小さく、しきい値電圧が高く、高温における VHR が低いという欠点を有している。

【0048】比較例 5

WO96/11897 に開示してある組成物の中で最も Vth が最も低い実施例 36 の下記の組成物を調製した。

3-HBCF2OB (F, F) -F	5%
5-HBCF2OB (F, F) -F	10%
5-HBCF2OB-CF3	5%
5-HBCF2OB (F) -F	5%

35

3-HBCF2OB-OCF3
 7-HB (F, F) -F
 3-HHB (F, F) -F
 4-HHB (F, F) -F
 3-H2HB (F, F) -F
 4-H2HB (F, F) -F
 5-H2HB (F, F) -F
 3-HH2B (F, F) -F
 5-HH2B (F, F) -F
 3-HBB (F, F) -F
 5-HBB (F, F) -F
 3-HHBB (F, F) -F
 3-HH2BB (F, F) -F

36

5 %
 8 %
 6 %
 3 %
 10 %
 6 %
 6 %
 10 %
 5 %
 5 %
 5 %
 3 %
 3 %

この組成物の特性は、以下のようになった。

T_{NI} = 61.8℃
 TC < -20℃
 η = 23.6 mPa·s
 Δn = 0.083
 V_{th} = 1.50V
 $VHR(25^\circ C)$ = 98.7 %
 $VHR(100^\circ C)$ = 95.6 %

τ = 43ms

この組成物は、粘性およびしきい値電圧が低く、高温でのVHRは高いものの、 Δn が非常に小さく、 T_{NI} が低いという欠点を有している。

【0049】比較例6

WO96/11897に開示してある組成物の中で最も

20 Δn が大きい実施例37に開示してある下記の組成物を調製した。

3-HBCF2OB (F, F) -F 5 %
 3-HBCF2OB-OCF3 5 %
 3-HB-CL 4 %
 5-HB-CL 4 %
 7-HB-CL 5 %
 2-HHB-CL 6 %
 3-HHB-CL 7 %
 5-HHB-CL 6 %
 2-HBB (F) -F 6 %
 3-HBB (F) -F 6 %
 5-HBB (F) -F 12 %
 3-HBB (F, F) -F 13 %
 5-HBB (F, F) -F 13 %
 3-H2HB (F) -CL 3 %
 3-HB (F) TB-2 3 %
 3-HB (F) VB-2 2 %

この組成物の特性は、以下のようになった。

T_{NI} = 89.3℃
 TC < -20℃
 η = 21.9 mPa·s
 Δn = 0.128
 V_{th} = 2.08V
 $VHR(25^\circ C)$ = 98.4 %

$VHR(100^\circ C)$ = 93.5 %

τ = 37ms

40 この組成物は、粘性が低く、 T_{NI} は高いものの、 Δn が小さく、しきい値電圧が高く、高温におけるVHRが若干低いという欠点を有している。

【0050】実施例10

成分Aとして

3-BB (F, F) CF2OB (F, F) -F 30 %

成分Bとして

3-HBB (F, F) -F 8 %
 5-HBB (F, F) -F 7 %
 2-HHBB (F, F) -F 3 %

37	38
3-HHBB (F, F) -F	4%
5-HHBB (F, F) -F	3%
その他の成分として	
3-HB-O2	10%
3-HH-4	5%
3-HHB (F, F) -F	8%
3-HHB-1	8%
3-HHB-3	9%
3-HHB-F	5%
からなる組成物を調製した。この組成物の特性は、以下	10
のようになった。	Δn = 0.112
T_{NI} = 78.5℃	V_{th} = 1.58V
TC < -20℃	$V_{HR}(25^{\circ}C)$ = 98.6%
η = 30.8mPa・s	$V_{HR}(100^{\circ}C)$ = 95.5%
	【0051】実施例11

成分Aとして

3-BB (F, F) CF2OB (F, F) -F 30%

成分Bとして

2-HHBB (F, F) -F 3%

3-HHBB (F, F) -F 4%

5-HHBB (F, F) -F 3%

その他の成分として

3-HB-O2 11%

3-HH-4 6%

3-HHB (F, F) -F 10%

4-HHB (F, F) -F 5%

5-HHB (F, F) -F 5%

3-H2HB (F, F) -F 3%

3-HHB-1 8%

3-HHB-3 7%

3-HHB-F 5%

からなる組成物を調製した。この組成物の特性は、以下		Δn = 0.102	
のようになった。		V_{th} = 1.61V	
T_{NI} = 80.2℃		$VHR(25^\circ C)$ = 98.7%	
TC < -30℃		$VHR(100^\circ C)$ = 95.3%	
η = 30.2 mPa·s		【0052】実施例12	

成分Aとして

3-BB (F, F) CF2OB (F, F) -F 30%

成分Bとして

2-HHBB (F, F) -F 3%

3-HHBB (F, F) -F 3%

5-HHBB (F, F) -F 3%

その他の成分として

3-HB-O2 10%

3-HH-4 10%

2-HHB-CL 5%

5-HHB-CL 6%

3-HHB-1 8%

3-HHB-3 7%

3-HHB-F 5%

3-HB (F, F) CF2OB (F, F) -F 10%

39		40	
からなる組成物を調製した。この組成物の特性は、以下 のようになった。			
T_{N1}	= 77.9℃	Δn	= 0.105
TC	< -20℃	Vth	= 1.65V
η	= 29.8 mPa·s	VHR (25℃)	= 98.5%
成分Aとして		VHR (100℃)	= 95.1%
3-BB (F, F) CF ₂ OB (F, F) -F		【0053】実施例13	
成分Bとして		15%	
3-HBB (F, F) -F		8%	
その他の成分として			
3-HB-O2		8%	
3-HH-4		7%	
3-HHB-1		8%	
3-HHB-3		14%	
3-HHB-F		5%	
3-HB (F, F) CF ₂ OB (F, F) -F		15%	
2-HHB (F, F) CF ₂ OB (F, F) -F		5%	
3-HHB (F, F) CF ₂ OB (F, F) -F		5%	
4-HHB (F, F) CF ₂ OB (F, F) -F		5%	
5-HHB (F, F) CF ₂ OB (F, F) -F		5%	
からなる組成物を調製した。この組成物の特性は、以下 のようになった。			
T_{N1}	= 81.5℃	Δn	= 0.119
TC	< -20℃	Vth	= 1.50V
η	= 27.6 mPa·s	VHR (25℃)	= 98.6%
成分Aとして		VHR (100℃)	= 95.2%
2-BB (F, F) CF ₂ OB (F, F) -F		【0054】実施例14	
3-BB (F, F) CF ₂ OB (F, F) -F		10%	
成分Bとして		10%	
3-HBB (F, F) -F		17%	
5-HBB (F, F) -F		17%	
2-HHBB (F, F) -F		3%	
3-HHBB (F, F) -F		4%	
4-HHBB (F, F) -F		3%	
5-HHBB (F, F) -F		3%	
3-HH2BB (F, F) -F		7%	
その他の成分として			
3-HHEB (F, F) -F		10%	
5-GHB (F, F) -F		16%	
からなる組成物を調製した。この組成物の特性は、以下 のようになった。			
T_{N1}	= 76.4℃	Δn	= 0.115
TC	< -30℃	Vth	= 1.06V
η	= 36.9 mPa·s	VHR (25℃)	= 98.0%
成分Aとして		VHR (100℃)	= 94.6%
2-BB (F, F) CF ₂ OB (F, F) -F		【0055】実施例15	
3-BB (F, F) CF ₂ OB (F, F) -F		10%	
成分Bとして		16%	
3-HBB (F, F) -F		17%	
5-HBB (F, F) -F		17%	

41

42

2-HHBB (F, F) -F3%

3-HHBB (F, F) -F4%

4-HHBB (F, F) -F3%

5-HHBB (F, F) -F3%

3-HH2BB (F, F) -F7%

その他の成分として

3-HB (F, F) CF2OB (F, F) -F15%

5-HB (F, F) CF2OB (F, F) -F5%

からなる組成物を調製した。この組成物の特性は、以下

Δn = 0.119

10 V t h = 1.08 V

のようになった。

T_{NI} = 58.4℃

VHR (25℃) = 98.3%

TC < -30℃

VHR (100℃) = 94.9%

η = 30.0 mPa · s

【0056】実施例16

成分Aとして

2-BB (F, F) CF2OB (F, F) -F15%

3-BB (F, F) CF2OB (F, F) -F15%

成分Bとして

3-HBB (F, F) -F15%

5-HBB (F, F) -F12%

3-HHB (F, F) -F8%

2-HHBB (F, F) -F3%

3-HHBB (F, F) -F5%

5-HHBB (F, F) -F3%

その他の成分として

3-HH-45%

3-HHB-18%

3-HHB-311%

からなる組成物を調製した。この組成物の特性は、以下

Δn = 0.113

V t h = 1.39 V

のようになった。

T_{NI} = 83.0℃

30 VHR (25℃) = 98.6%

TC < -30℃

VHR (100℃) = 95.1%

η = 26.3 mPa · s

【0057】実施例17

成分Aとして

3-BB (F, F) CF2OB (F, F) -F15%

成分Bとして

3-HBB (F, F) -F15%

5-HBB (F, F) -F12%

2-HHBB (F, F) -F3%

3-HHBB (F, F) -F5%

5-HHBB (F, F) -F3%

その他の成分として

3-HH-45%

3-HHB (F, F) -F8%

3-HHB-18%

3-HHB-311%

3-HB (F, F) CF2OB (F, F) -F15%

からなる組成物を調製した。この組成物の特性は、以下

η = 26.1 mPa · s

Δn = 0.107

のようになった。

T_{NI} = 82.5℃

V t h = 1.48 V

TC < -30℃

50 VHR (25℃) = 98.2%

43

44

VHR (100℃) = 94.9%

【0058】実施例18

成分Aとして

2-BB (F, F) CF₂OB (F, F) -F 7%
 3-BB (F, F) CF₂OB (F, F) -F 15%

成分Bとして

3-HBB (F, F) -F 8%

その他の成分として

3-HHB-1 8%
 3-HHB-3 14%
 3-HHB-F 5%
 3-HB (F, F) CF₂OB (F, F) -F 15%
 5-HB (F, F) CF₂OB (F, F) -F 8%
 2-HHB (F, F) CF₂OB (F, F) -F 5%
 3-HHB (F, F) CF₂OB (F, F) -F 5%
 4-HHB (F, F) CF₂OB (F, F) -F 5%
 5-HHB (F, F) CF₂OB (F, F) -F 5%

からなる組成物を調製した。この組成物の特性は、以下
 のようになった。

T_{g1} = 74.9℃

TC < -30℃

η = 34.3 mPa·s

Δn = 0.125

V_{th} = 0.96V

VHR (25℃) = 98.6%

20 VHR (100℃) = 95.2%

【0059】実施例19

成分Aとして

3-BB (F, F) CF₂OB (F, F) -F 3%
 5-HB (F, F) CF₂OB (F, F) -F 3%

成分Bとして

3-HBB (F, F) -F 20%
 5-HBB (F, F) -F 15%
 3-HHBB (F, F) -F 6%

その他の成分として

3-HHB (F, F) -F 8%
 3-HHEB (F, F) -F 10%
 2-HBEB (F, F) -F 3%
 3-HBEB (F, F) -F 5%
 5-HBEB (F, F) -F 3%
 5-HB-CL 11%
 3-HH-4 8%
 3-HHB-1 5%

からなる組成物を調製した。この組成物の特性は、以下
 のようになった。

T_{g1} = 74.2℃

TC < -30℃

η = 22.0 mPa·s

Δn = 0.104

V_{th} = 1.38V

40 VHR (25℃) = 98.2%

VHR (100℃) = 94.9%

【0060】実施例20

成分Aとして

2-BB (F, F) CF₂OB (F, F) -F 5%
 3-HB (F, F) CF₂OB (F, F) -F 5%

成分Bとして

3-HBB (F, F) -F 22%
 2-HHBB (F, F) -F 6%

その他の成分として

5-HB-CL 4%

45		46
2-HHB (F) -F		9%
3-HHB (F) -F		9%
3-HHB (F, F) -F		8%
4-HHB (F, F) -F		3%
3-H ₂ HB (F, F) -F		12%
3-GHB (F, F) -F		3%
4-GHB (F, F) -F		8%
5-GHB (F, F) -F		6%
からなる組成物を調製した。この組成物の特性は、以下	Δn	= 0.091
のようになった。	10 V_{th}	= 0.89V
T_{NI}	= 67.8℃	$VHR(25℃)$ = 98.0%
TC	< -30℃	$VHR(100℃)$ = 94.6%
η	= 33.2mPa・s	【0061】実施例21

成分Aとして

3-BB (F, F) CF ₂ OB (F, F) -F	4%
3-HB (F, F) CF ₂ OB (F, F) -F	4%

成分Bとして

3-HBB (F, F) -F	21%
3-HHBB (F, F) -F	4%

その他の成分として

2-HHB (F) -F	7%
3-HHB (F) -F	7%
3-HHB (F, F) -F	8%
3-H ₂ HB (F, F) -F	10%
3-HHEB (F, F) -F	10%
4-HHEB (F, F) -F	3%
2-HBEB (F, F) -F	2%
3-HBEB (F, F) -F	3%
3-HGB (F, F) -F	3%
4-GHB (F, F) -F	7%
5-GHB (F, F) -F	7%

からなる組成物を調製した。この組成物の特性は、以下
のようになった。

T_{NI}	= 70.3℃
TC	< -30℃
η	= 38.1mPa·s
Δn	= 0.091
V_{th}	= 0.82V
$VHR(25℃)$	= 98.0%

$VHR(100℃)$	= 94.5%
【0062】	

【発明の効果】実施例で示したように、本発明によつて、アクティブ・マトリクス方式の液晶表示素子（AM-LCD）に求められる一般的な特性を満たしながら、特に、高温領域において電圧保持率を高くし、しきい値電圧を十分に低くし、屈折率異方性を大きくした液晶組成物を提供することができる。

【手続補正書】

【提出日】平成11年6月30日（1999. 6. 30）

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0059

【補正方法】変更

【補正内容】

【0059】実施例 19

成分Aとして

3-BB (F, F) CF ₂ OB (F, F) -F	3%
--	----

その他の成分として

5-HB (F, F) CF ₂ OB (F, F) -F	3%
--	----

成分Bとして

3-HBB (F, F) -F	20%
5-HBB (F, F) -F	15%
3-HHBB (F, F) -F	6%

その他の成分として

3-HHB (F, F) -F	8%
3-HHEB (F, F) -F	10%
2-HBEB (F, F) -F	3%
3-HBEB (F, F) -F	5%
5-HBEB (F, F) -F	3%
5-HB-CL	11%
3-HH-4	8%
3-HHB-1	5%

からなる組成物を調製した。この組成物の特性は、以下
のようになった。

T_{KI}	= 74.2℃
TC	< -30℃
η	= 22.0 mPa·s
Δn	= 0.104
Vth	= 1.38V
VHR (25℃)	= 98.2%

成分Aとして

2-BB (F, F) CF2OB (F, F) -F	5%
-----------------------------	----

その他の成分として

3-HB (F, F) CF2OB (F, F) -F	5%
-----------------------------	----

成分Bとして

3-HBB (F, F) -F	22%
2-HHBB (F, F) -F	6%

その他の成分として

5-HB-CL	4%
2-HHB (F) -F	9%
3-HHB (F) -F	9%
3-HHB (F, F) -F	8%
4-HHB (F, F) -F	3%
3-H2HB (F, F) -F	12%
3-GHB (F, F) -F	3%
4-GHB (F, F) -F	8%
5-GHB (F, F) -F	6%

からなる組成物を調製した。この組成物の特性は、以下
のようになった。

T_{KI}	= 67.8℃
TC	< -30℃
η	= 33.2 mPa·s
Δn	= 0.091
Vth	= 0.89V
VHR (25℃)	= 98.0%

成分Aとして

3-BB (F, F) CF2OB (F, F) -F	4%
-----------------------------	----

その他の成分として

3-HB (F, F) CF2OB (F, F) -F	4%
-----------------------------	----

VHR (100℃) = 94.9%

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0060

【補正方法】変更

【補正内容】

【0060】実施例20

VHR (100℃) = 94.6%

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0061

【補正方法】変更

【補正内容】

【0061】実施例21

成分 B として

3-HBB (F, F) -F 21%

3-HHBB (F, F) -F 4%

その他の成分として

2-HHB (F) -F 7%

3-HHB (F) -F 7%

3-HHB (F, F) -F 8%

3-H₂HB (F, F) -F 10%

3-HHEB (F, F) -F 10%

4-HHEB (F, F) -F 3%

2-HBEB (F, F) -F 2%

3-HBEB (F, F) -F 3%

3-HGB (F, F) -F 3%

4-GHB (F, F) -F 7%

5-GHB (F, F) -F 7%

からなる組成物を調製した。この組成物の特性は、以下
のようになった。

T_{N1} = 70.3℃

TC < -30℃

η = 38.1 mPa·s

Δn = 0.091

Vth = 0.82V

VHR (25℃) = 98.0%

VHR (100℃) = 94.5%

【手続補正書】

【提出日】平成12年4月24日 (2000.4.24)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0027

【補正方法】変更

【補正内容】

【0027】本発明の成分Cである一般式(3)で表される化合物は、組成物中へ多量に含有させると、液晶組成物のネマチック相下限温度を高くし、なおかつ、誘電率異方性がほとんどゼロであり、しきい値電圧を高くしてしまう。このため、成分Cの液晶組成物に占める割合は、液晶組成物の全重量に対して25重量%以下が好ましく、より好ましくは20重量%以下である。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0033

【補正方法】変更

【補正内容】

【0033】特開平10-251186の実施例(32~42, 44, 45)に示される組成物に使用される化合物は、本発明の一般式(1-1)と類似するが同一の化合物ではない。本発明の一般式(1-1)で示される化合物とこの特開平10-251186の化合物との違いを次に示す。つぎの組成と特性を有する母液晶を調製

2-HBEB (F, F) -F

5-HHEB (F, F) -F

し、

3-HB-C 24% T_{N1} = 71.7℃

5-HB-C 36% Δε = 11.0

7-HB-C 25% Δn = 0.137

3-HBB-C 15% η = 27.0 mPa·s

この母液晶に以下の化合物a、b、c

a: 3-BB (F, F) CF₂OB (F, F) -F < 本発明の式(1-1-3)のR=C₃H₇ >

b: 3-B (F, F) CF₂OB (F, F) -F < 本発明の式(1-2-4)のR=C₃H₇ >

c: 3-B (F) CF₂OB (F, F) -F < 特開平10-251186 (実施例34に記載化合物) >

をそれぞれ15%混合したものを調製した。それらの物性値を測定し、その測定値と母液晶の物性値から外そうして得られた化合物a、b、cの物性値を次の表2に示す。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0045

【補正方法】変更

【補正内容】

【0045】比較例2

特開平8-73857に開示してある組成物の中で最もΔnが大きい実施例7の下記の組成物を調製した。

5%

5%

3-BBEB (F, F) -F	5%
4-HHB-CL	10%
3-HBB (F, F) -F	10%
5-HBB (F, F) -F	10%
3-H2BB (F, F) -F	10%
4-H2BB (F, F) -F	10%
5-H2BB (F, F) -F	10%
3-HVHB (F) -F	5%
4-HVHB (F, F) -F	7%
3-H2BVB-2	3%
3-HB (F) VB-4	10%

上記組成物の特性は、以下ようになった。

$T_{\kappa 1}$	=	101.5℃
η	=	36.9 mPa·s
Δn	=	0.138
Vth	=	1.73V
VHR (25℃)	=	98.5%
VHR (100℃)	=	91.0%
τ	=	37ms

この組成物は、 $T_{\kappa 1}$ が高く、応答速度が比較的速いものの、Vthが高く、 Δn が小さい。この組成物には、エ

5-HHEB (F, F) -F	5%
2-HBEB (F, F) -F	5%
3-HBEB (F, F) -F	5%
5-HBEB (F, F) -F	5%
3-BBEB (F, F) -F	5%
4-BBEB (F, F) -F	5%
5-BBEB (F, F) -F	5%
4-HEB (F, F) -F	10%
4-HB-CL	10%
7-HB (F) -F	3%
7-HB (F, F) -F	9%
3-HBB (F, F) -F	10%
5-HHB (F, F) -F	10%
3-H2BB (F, F) -F	13%

この組成物の特性は、以下ようになった。

$T_{\kappa 1}$	=	46.1℃
TC	<	-10℃
η	=	36.3 mPa·s
Δn	=	0.096
Vth	=	0.91V

ステル基を有する化合物が使用されており、高温でのVHRが低いという欠点を有している。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0046

【補正方法】変更

【補正内容】

【0046】比較例3

特開平8-73857に開示してある組成物の中で最もVthが最も低い実施例2の下記の組成物を調製した。

5-HHEB (F, F) -F	5%
2-HBEB (F, F) -F	5%
3-HBEB (F, F) -F	5%
5-HBEB (F, F) -F	5%
3-BBEB (F, F) -F	5%
4-BBEB (F, F) -F	5%
5-BBEB (F, F) -F	5%
4-HEB (F, F) -F	10%
4-HB-CL	10%
7-HB (F) -F	3%
7-HB (F, F) -F	9%
3-HBB (F, F) -F	10%
5-HHB (F, F) -F	10%
3-H2BB (F, F) -F	13%

VHR (25℃) = 98.3%

VHR (100℃) = 92.3%

この組成物は、 Δn が非常に小さく、Vthが低いものの $T_{\kappa 1}$ が低い。比較例2と同様にエステル基を有する化合物が使用されており、高温でのVHRが低いという欠点を有している。

フロントページの続き

F ターム(参考) 4H027 BA01 BB01 BB02 BB06 BB11
BB13 BC04 BD02 BD04 BD05
BD07 BD24 BE05 CE02 CE03
CE04 CE05 CH02 CH03 CH04
CH05 CM01 CM04 CN04 CP04
CQ04 CR04 CS04 CT01 CT04
CT07 CU02 CU03 CU04 CU05
CW01 DH02 DH03 DH04 DH05
DM03